

Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP05/001725

International filing date: 04 February 2005 (04.02.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP
Number: 2004-029424
Filing date: 05 February 2004 (05.02.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 14 April 2005 (14.04.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

日 本 国 特 許 庁 22.02.2005
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application: 2 0 0 4 年 2 月 5 日

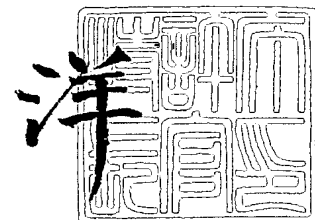
出 願 番 号
Application Number: 特 願 2 0 0 4 - 0 2 9 4 2 4
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 4 - 0 2 9 4 2 4]

出 願 人
Applicant(s): N E C マ シ ナ リ ー 株 式 有 限 公 司
独立行政法人産業技術総合研究所

2 0 0 5 年 3 月 3 1 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

小 川



【書類名】 特許願
【整理番号】 P16-042
【提出日】 平成16年 2月 5日
【あて先】 特許庁長官 殿
【国際特許分類】 C30B 1/00
C30B 35/00

【発明者】
【住所又は居所】 滋賀県草津市南山田町字縄手崎 8 5 番地 N E C マシナリー株式会社内
【氏名】 西村 博

【発明者】
【住所又は居所】 滋賀県草津市南山田町字縄手崎 8 5 番地 N E C マシナリー株式会社内
【氏名】 長澤 亨

【発明者】
【住所又は居所】 茨城県つくば市東 1 丁目 1 番 1 独立行政法人産業技術総合研究所つくばセンター内
【氏名】 池田 伸一

【発明者】
【住所又は居所】 茨城県つくば市東 1 丁目 1 番 1 独立行政法人産業技術総合研究所つくばセンター内
【氏名】 白川 直樹

【発明者】
【住所又は居所】 茨城県つくば市東 1 丁目 1 番 1 独立行政法人産業技術総合研究所つくばセンター内
【氏名】 永崎 洋

【発明者】
【住所又は居所】 茨城県つくば市東 1 丁目 1 番 1 独立行政法人産業技術総合研究所つくばセンター内
【氏名】 梅山 規男

【発明者】
【住所又は居所】 茨城県つくば市東 1 丁目 1 番 1 独立行政法人産業技術総合研究所つくばセンター内
【氏名】 吉田 良行

【発明者】
【住所又は居所】 茨城県つくば市東 1 丁目 1 番 1 独立行政法人産業技術総合研究所つくばセンター内
【氏名】 長井 一郎

【発明者】
【住所又は居所】 茨城県つくば市東 1 丁目 1 番 1 独立行政法人産業技術総合研究所つくばセンター内
【氏名】 原 茂生

【特許出願人】
【持分】 60/100
【識別番号】 000110859
【氏名又は名称】 N E C マシナリー株式会社

【特許出願人】
【持分】 40/100
【識別番号】 301021533
【氏名又は名称】 独立行政法人産業技術総合研究所

【代理人】
【識別番号】 100064584
【弁理士】
【氏名又は名称】 江原 省吾
【選任した代理人】
【識別番号】 100093997
【弁理士】
【氏名又は名称】 田中 秀佳
【選任した代理人】
【識別番号】 100101616
【弁理士】
【氏名又は名称】 白石 吉之
【選任した代理人】
【識別番号】 100107423
【弁理士】
【氏名又は名称】 城村 邦彦
【選任した代理人】
【識別番号】 100120949
【弁理士】
【氏名又は名称】 熊野 剛
【選任した代理人】
【識別番号】 100121186
【弁理士】
【氏名又は名称】 山根 広昭
【持分の割合】 60/100
【手数料の表示】
【予納台帳番号】 019677
【納付金額】 12,600円
【提出物件の目録】
【物件名】 特許請求の範囲 1
【物件名】 明細書 1
【物件名】 図面 1
【物件名】 要約書 1
【物件名】 持分証明書 1
【提出物件の特記事項】 手続補足書にて提出する
【包括委任状番号】 0215560

【書類名】 特許請求の範囲

【請求項 1】

回転楕円面鏡と、この回転楕円面鏡の一方の焦点に配置された加熱源と、回転楕円面鏡の他方の焦点に配置された原料棒および種結晶棒と、この原料棒および種結晶棒を囲繞する石英管と、前記原料棒および種結晶棒をそれぞれ支持する結晶駆動軸を回転および昇降させる軸駆動手段とを有し、前記加熱源の赤外線を回転楕円面鏡で反射して他方の焦点に配置された原料棒および種結晶棒に照射して単結晶を育成する単結晶育成装置において、

前記回転楕円面鏡が水冷ジャケットを内蔵し、

前記回転楕円面鏡の隙間部分から回転楕円面鏡の内方空間に回転楕円面鏡および加熱源冷却用の冷却気体を $1.2 \sim 2.3 \text{ m}^3/\text{min}$ の流量で導入する空冷部を設けたことを特徴とする単結晶育成装置。

【請求項 2】

前記空冷部から回転楕円面鏡内に導入された冷却気体が回転楕円面鏡の内方空間で乱流となって、回転楕円面鏡の内面および回転楕円面鏡の内方空間に配置された加熱源を冷却するように構成したことを特徴とする請求項 1 に記載の単結晶育成装置。

【請求項 3】

前記回転楕円面鏡の水冷ジャケットに供給される冷却水が、単結晶育成装置内を循環するように構成したことを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の単結晶育成装置。

【請求項 4】

前記回転楕円面鏡の水冷ジャケットに供給され温度上昇した冷却水の温度を放熱させるラジエータを備えていることを特徴とする請求項 1 から 3 にいずれかに記載の単結晶育成装置。

【請求項 5】

前記空冷部およびラジエータに冷却エアーを供給する冷却エアー供給手段を備えていることを特徴とする請求項 1 から 4 のいずれかに記載の単結晶育成装置。

【請求項 6】

前記原料棒および／または種結晶棒を支持する結晶軸の高さ位置をマニュアル調整する高さ位置調整手段を備えていることを特徴とする請求項 1 から 5 のいずれかに記載の単結晶育成装置。

【請求項 7】

前記加熱源、結晶駆動軸駆動手段、冷却エアー供給手段などの電気系統の総消費電力を $1,500 \text{ W}$ 以下にしたことを特徴とする請求項 1 から 6 のいずれかに記載の単結晶育成装置。

【請求項 8】

小型化の条件として加熱性能 $2,000^\circ\text{C}$ を目標とした場合、前記回転楕円面鏡の長径 a を $45 \sim 80 \text{ mm}$ 、短径 b を $40.5 \sim 76 \text{ mm}$ 、短径長径比を $0.90 \sim 0.95$ 、加熱源の総電力を最大 $1,300 \text{ W}$ に設定したことを特徴とする請求項 1 から 7 のいずれかに記載の単結晶育成装置。

【請求項 9】

小型化の条件として加熱性能 $1,200^\circ\text{C}$ 最高を目標とした場合、前記回転楕円面鏡の長径 a を $34.5 \sim 48 \text{ mm}$ 、短径 b を $31 \sim 45 \text{ mm}$ 、短径長径比を $0.90 \sim 0.95$ 、加熱源の総電力を 600 W に設定したことを特徴とする請求項 1 から 7 に記載の単結晶育成装置。

【書類名】明細書

【発明の名称】単結晶育成装置

【技術分野】

【0001】

本発明は単結晶育成装置に関し、詳しくは、赤外線集中加熱方式のフローティングゾーン法により単結晶を育成する装置を、回転楕円面鏡の温度過昇を防止するようにして小型化した単結晶育成装置に関するものである。

【背景技術】

【0002】

単結晶を育成する場合、フローティングゾーン式の単結晶育成装置を用いることは公知である（例えば、特許文献1参照。）。

【0003】

このフローティングゾーン式の単結晶育成装置の一例を、図5に示す。図5は、熱源にハロゲンランプを用いた双楕円型の単結晶育成装置60の縦断正面図で、図6は図5のA-A線に沿う横断面図を示し、図7は被加熱部の拡大正面図を示す。

【0004】

単結晶育成装置60は、対称形の2つの回転楕円面鏡61、62を有し、各々の一方の焦点 F_0 、 F_0 が一致するように対向結合させて加熱炉を構成する。この回転楕円面鏡61、62の内面、すなわち反射面は、赤外線を高反射率で反射させるために金めっき処理が施されている。各回転楕円面鏡61、62の他方の焦点 F_1 、 F_2 付近には、加熱源、例えば、ハロゲンランプ等の赤外線ランプ63、64が固定配置してある。各回転楕円面鏡61、62の一致した焦点 F_0 には被加熱部65が位置し、上方から鉛直方向に延びる上結晶駆動軸66の下端に固定した原料棒67と、下方から鉛直方向に延びる下結晶駆動軸68の上端に固定された種結晶棒69とを突き合わせてある。前記上結晶駆動軸66および下結晶駆動軸68は、図示するように、保持部材70、71によって気密に保持され、図示しないサーボモータ等の駆動モータで回転自在、かつ、同期または相対速度を有して昇降自在に保持されている。

【0005】

前記原料棒67および種結晶棒69が配置された空間 m_1 を、赤外線ランプ63、64が配置された空間 m_2 と区画して、単結晶育成室72を形成する透明な石英管73を設けて、上記単結晶育成室72に結晶育成に対して好適な不活性ガス等を充填させ、一方、赤外線ランプ63、64を安全に点灯させるために、赤外線ランプ63、64を空冷する。

【0006】

このように、回転楕円面鏡61、62内において、石英管73によって限定された空間 m_1 を単結晶育成室72とすることにより、石英管73を設けずに回転楕円面鏡61、62からなる加熱炉全体を単結晶育成室とする場合に比較して、単結晶育成室72の容積が格段に小さくなり、したがって、この単結晶育成室72を短時間で所定の単結晶育成雰囲気置換でき、かつ、その雰囲気状態を容易に維持できる。

【0007】

前記の単結晶育成装置60によれば、回転楕円面鏡61、62の第1、第2の焦点 F_1 、 F_2 に配置された赤外線ランプ63、64から照射される赤外線を、上記回転楕円面鏡61、62で反射させ、共通の焦点 F_0 に位置する被加熱部65に集光させて赤外線加熱する。この赤外線加熱による輻射エネルギーにより、被加熱部65の原料棒67の下端および種結晶棒69の上端を加熱溶融させながら、円滑に接触させることにより、図7に示すように、原料棒67と種結晶棒69間の被加熱部65にフローティングゾーン74を形成させる。

【0008】

そして、下端に原料棒67を固定した上結晶駆動軸66と上端に種結晶棒69を固定した下結晶駆動軸68とを共に回転させ、かつ、同期または相対速度を有してゆっくり下方に向かって移動させることによって、原料棒67と種結晶棒69間のフローティングゾー

ン 7 4 が次第に原料棒 6 7 側に移動していき、結晶が成長していき単結晶が育成される。なお、図 7 における 6 7 a は原料棒 6 7 側の固液界面を示し、6 9 a は種結晶棒 6 9 側の固液界面を示している。

【0009】

このようなフローティングゾーン式の単結晶育成装置 6 0 を用いれば、ハロゲンランプ等の赤外線ランプ 6 3, 6 4 から照射される赤外線を、上記回転楕円面鏡 6 1, 6 2 の全面で反射させ、共通の焦点 F_0 に位置する被加熱部 6 5 に集光させて赤外線加熱するので、比較的出力の小型の赤外線ランプ 6 3, 6 4 で、被加熱部 6 5 を高温に加熱できるのみならず、赤外線ランプ 6 3, 6 4 の入力電力を制御することで、被加熱部 6 5 の温度を容易かつ確実に制御できる。

【0010】

また、原料棒 6 7 および種結晶棒 6 9 の融液が他の物質に接触しないフローティング状態で単結晶が育成できるので、坩堝式単結晶育成に比較して坩堝から溶出する不純物によって育成される単結晶の純度を低下させることがなく、高純度の単結晶を容易に育成することができる。

【0011】

【特許文献 1】特公平 5-34317 号公報（第 2 欄第 7 行～第 3 欄第 2 行、第 1 図）

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0012】

従来の単結晶育成装置 6 0 においては、一般的に回転楕円面鏡 6 1, 6 2 の長径 $a = 117 \text{ mm}$ 、短径 $b = 108 \text{ mm}$ 程度のものを使用しており、結晶成長量を 150 mm とすると、装置寸法は幅 $W = 840 \text{ mm}$ 、高さ $H = 2,180 \text{ mm}$ 、奥行 $D = 1,880 \text{ mm}$ 程度となり、価格も高価であった。なお、得られる単結晶の口径は $\phi 6 \sim 15 \text{ mm}$ 程度、長さ 150 mm が可能であった。

【0013】

一方、新規な単結晶を開発したり、既知の単結晶を育成して特性調査したりする場合には、必ずしも $\phi 6 \text{ mm}$ 以上の口径の単結晶は必要でなく、もっと小口径の結晶でも可能である。むしろ、開発費や調査費の低減のためには、もっと小口径の単結晶を育成できる装置の要求が生じてきた。大口径を望まずに、例えば、口径が $\phi 4 \text{ mm}$ 程度の単結晶が育成可能な小型安価な単結晶育成装置が要求されている。単結晶育成装置の小型化のためには、回転楕円面鏡 6 1, 6 2 や、石英管 7 3 を小型化すればよいが、実装する赤外線ランプを小型化する必要がある。このような構成であっても、加熱性能を高く維持しなければならない。

【0014】

従来の単結晶育成装置 6 0 において、回転楕円面鏡 6 1, 6 2 の冷却は、回転楕円面鏡のジャケットに冷却水を流す水冷式を採用し、更に、回転楕円面鏡 6 1, 6 2 の第 1、第 2 の焦点 F_1 、 F_2 に配置された赤外線ランプ 6 3, 6 4 の冷却は、冷却エアーを $5 \sim 10$ リットル/min 程度の流量によるそよそよと流れる程度の空冷方式が行われている。

【0015】

そこで、双楕円型の回転楕円面鏡 6 1, 6 2 の焦点距離を 25 mm に設定した場合についてシミュレーションしてみると、(1) 回転楕円面鏡 6 1, 6 2 のジャケットに冷却エアーを流す空冷式を採用し、更に、回転楕円面鏡 6 1, 6 2 の第 1、第 2 の焦点 F_1 、 F_2 に配置された赤外線ランプ 6 3, 6 4 を冷却するために $5 \sim 10$ リットル/min 程度の冷却エアーを流した場合、使用可能となる最大許容ランプ総電力は 400 W が限度であった。(2) 回転楕円面鏡 6 1, 6 2 の冷却方式を水冷式とし、更に、回転楕円面鏡 6 1, 6 2 の第 1、第 2 の焦点 F_1 、 F_2 に配置された赤外線ランプ 6 3, 6 4 を冷却するために $5 \sim 10$ リットル/min 程度の冷却エアーを流した場合、使用可能となる最大許容ランプ総電力は $1,100 \text{ W}$ が限度であった。これらのランプ電力では、被加熱部 6 5 の

到達温度が2,000℃未満で、例えば、ルビー ($\text{Al}_2\text{O}_3 : \text{Cr}_2\text{O}_3$ 1%添加、融点約2,060℃) を熔融させて単結晶を育成することができなかった。

【0016】

上記双楕円型の回転楕円面鏡61, 62の焦点距離Fを25mmに設定した場合について、従来の単結晶を育成する場合と同様の被加熱部の加熱条件を得るためには、赤外線ランプの出力は従来の約1/2が必要と分かった。一方、このようなランプ電力に設定すると、回転楕円面鏡61, 62の反射面積は約1/4となっており、さらに赤外線ランプ63, 64と回転楕円面鏡61, 62の距離が接近したこと、および回転楕円面鏡61, 62内の空間 m_2 の容積減少による滞留熱の上昇および対流によって、回転楕円面鏡61, 62の温度が過度に上昇する。すると、回転楕円面鏡61, 62の材質(例えば、真鍮)と、その内面に被着された金めっき層との熱膨張係数差によって、金めっき層が回転楕円面鏡61, 62の内面から剥離するという新たな問題に遭遇した。

【0017】

そこで、本発明は、回転楕円面鏡内面の過熱を防止して金めっき層などの反射層が剥離しないで、赤外線ランプなどの加熱源の温度を適正化できる単結晶育成装置、特に、小型化された単結晶育成装置を提供することを目的とするものである。

【課題を解決するための手段】

【0018】

本発明の単結晶育成装置は、上記課題を解決するために、回転楕円面鏡と、この回転楕円面鏡の一方の焦点に配置された加熱源と、回転楕円面鏡の他方の焦点に配置された原料棒および種結晶棒と、この原料棒および種結晶棒を囲繞する石英管と、前記原料棒および種結晶棒をそれぞれ支持する結晶駆動軸を回転および昇降させる軸駆動手段とを有し、前記加熱源の赤外線を回転楕円面鏡で反射して他方の焦点に配置された原料棒および種結晶棒に照射して単結晶を育成する単結晶育成装置において、前記回転楕円面鏡が水冷ジャケットを内蔵し、前記回転楕円面鏡の隙間部分から回転楕円面鏡の内方空間に回転楕円面鏡および加熱源冷却用の冷却気体を1.2~2.3 m^3/min の流量で導入する空冷部を設けたことを特徴とするものである(請求項1)。

【0019】

上記「回転楕円面鏡の隙間部分」なる用語は、例えば、回転楕円面鏡の加熱源挿入部における回転楕円面鏡と加熱源との隙間部分、または回転楕円面鏡の石英管導入孔部における回転楕円面鏡と石英管との隙間部分、あるいは回転楕円面鏡の反射面に形成した冷却気体噴出孔等を意味するものである。

【0020】

また、本発明の単結晶育成装置は、前記空冷部から回転楕円面鏡内に導入された冷却気体が回転楕円面鏡の内方空間で乱流となって、回転楕円面鏡の内面および回転楕円面鏡の内方空間に配置された加熱源を冷却するように構成したことを特徴とするものである(請求項2)。

【0021】

また、本発明の単結晶育成装置は、前記回転楕円面鏡の水冷ジャケットに供給される冷却水が、単結晶育成装置内を循環するように構成したことを特徴とするものである(請求項3)。

【0022】

また、本発明の単結晶育成装置は、前記回転楕円面鏡の水冷ジャケットに供給され温度上昇した冷却水の温度を放熱させるラジエータを備えていることを特徴とするものである(請求項4)。

【0023】

また、本発明の単結晶育成装置は、前記空冷部およびラジエータに冷却エアーを供給する冷却エアー供給手段を備えていることを特徴とするものである(請求項5)。

【0024】

また、本発明の単結晶育成装置は、前記原料棒および/または種結晶棒を支持する結晶

軸の高さ位置をマニュアル調整する高さ位置調整手段を備えていることを特徴とするものである（請求項6）。

【0025】

また、本発明の単結晶育成装置は、前記加熱源、結晶駆動軸駆動手段、冷却エア供給手段などの電気系統の総消費電力を1,500W以下にしたことを特徴とするものである（請求項7）。

【0026】

また、本発明の単結晶育成装置は、小型化の条件として加熱性能2,000℃を目標とした場合、前記回転楕円面鏡の長径aを45～80mm、短径bを40.5～76mm、短径長径比を0.90～0.95、加熱源の総電力を最大1,300Wに設定したことを特徴とするものである（請求項8）。

【0027】

なお、回転楕円面鏡の長径aが45mm未満、短径bが40.5mm未満では、回転楕円面鏡が小さくなり過ぎて、加熱源であるハロゲンランプ及び単結晶育成室となる石英管の配設が困難となり単結晶の育成が出来なくなる。回転楕円面鏡の長径aが80mm、短径bが76mmを超えると、装置の小型化および低価格化が困難になる。したがって、回転楕円面鏡の長径aは45～80mm、短径bは40.5～76mmの範囲内が望ましい。

【0028】

また、短径長径比が0.90未満では、第1、第2の焦点と共通焦点とが離れすぎて、回転楕円面鏡の形状がラグビーボール状になって、双楕円型回転楕円面鏡の光軸方向の集光性が高まる一方で、光軸を含む平面加熱試料の水平面内での不均一を招く。短径長径比が0.95を超えると、回転楕円面鏡が球形に近くなり、第1、第2の焦点と共通焦点とが近くなり過ぎて、小型の回転楕円面鏡では加熱源であるハロゲンランプおよび単結晶育成室となる石英管の配設が困難となり単結晶の育成が出来なくなる。したがって、短径長径比は0.90～0.95の範囲内が望ましい。

【0029】

さらに、加熱源の総電力が1,300Wを超えると、軸駆動用モータ等の駆動系の消費電力などを考慮すれば、総電力が一般商用電源の15Aの電流容量限度を超えてしまう。したがって、加熱源の総電力は最大1,300W以内が望ましい。なお、上記の加熱源の最大総電力は、すべての加熱源の電力を合計したものであり、例えば、加熱炉が2つの回転楕円面鏡を結合した双楕円型の場合は、各加熱源の最大電力はそれぞれ650Wになる。

【0030】

また、本発明の単結晶育成装置は、小型化の条件として加熱性能1,200℃最高を目標とした場合、前記回転楕円面鏡の長径aを34.5～48mm、短径bを31～45mm、短径長径比を0.90～0.95、加熱源の総電力を600Wに設定したことを特徴とするものである（請求項9）。

【0031】

なお、回転楕円面鏡の長径aが34.5mm未満、短径bが31mm未満では、回転楕円面鏡が小さくなり過ぎて、加熱源であるハロゲンランプおよび単結晶育成室となる石英管の配設が困難となり単結晶の育成が出来なくなる。回転楕円面鏡の長径aが48mm、短径bが45mmを超えると、更なる装置の小型化および低価格化が困難になる。したがって、回転楕円面鏡の長径aは34.5～48mm、短径bは31～45mmの範囲内が望ましい。

【0032】

また、短径長径比が0.90未満では、第1、第2の焦点と共通焦点とが離れすぎて、回転楕円面鏡の形状がラグビーボール状になって、双楕円型回転楕円面鏡の光軸方向の集光性が高まる一方で、光軸を含む平面加熱試料の水平面内での不均一を招く。短径長径比が0.95を超えると、回転楕円面鏡が球形に近くなり、第1、第2の焦点と共通焦点と

が近くなり過ぎて、小型の回転楕円面鏡では加熱源であるハロゲンランプ及び単結晶育成室となる石英管の配設が困難となり単結晶の育成が出来なくなる。したがって、短径長径比は0.90~0.95の範囲内が望ましい。

【0033】

さらに、加熱源の総電力が600Wを超えると、1,200℃の加熱性能を目標にした更に小型の回転楕円面鏡では、加熱源からの対流熱等による回転楕円面鏡の温度上昇を防ぎ切れず、回転楕円面鏡の金メッキの剥離を招く。したがって、加熱源の総電力は最大600Wの範囲内が望ましい。なお、上記の加熱源の最大総電力は、すべての加熱源の電力を合計したものであり、例えば、加熱炉が2つの回転楕円面鏡を結合した双楕円型の場合は、各加熱源の最大電力はそれぞれ300Wになる。

【発明の効果】

【0034】

上記の単結晶育成装置によれば、回転楕円面鏡が水冷ジャケットを内蔵し、回転楕円面鏡の内方空間に回転楕円面鏡および加熱源冷却用の冷却気体を1.2~2.3m³/minの流量で導入する空冷部を設けたから、水冷ジャケットによる回転楕円面鏡の水冷と、空冷部によって回転楕円面鏡の反射面の空冷との協働作用によって、回転楕円面鏡を十分冷却することができ、回転楕円面鏡反射面の過度の温度上昇を防止して、回転楕円面鏡の内面から金めっき層が剥離することが防止できる。また、冷却気体で加熱源を冷却して加熱源の過度の温度上昇を防止することができるため、例えば、ハロゲンランプのハロゲンサイクルを適正に維持して、ハロゲンランプによる安定した加熱が行われるとともに、ハロゲンランプの電流導入部に存在するモリブデン箔と石英との封止部の過度の温度上昇を防止して、両者の熱膨張係数差に起因する剥離を防止し、電流導入部の気密漏れを防止することができる。

【0035】

また、前記空冷部から回転楕円面鏡内に導入された冷却気体が回転楕円面鏡の内方空間で乱流となって、回転楕円面鏡の内面および回転楕円面鏡の内方空間に配置された加熱源を空冷するように構成すると、回転楕円面鏡内空間に滞留および対流する温度上昇したエアーを強制排気して、回転楕円面鏡および加熱源を効率的に冷却することができる。

【0036】

また、回転楕円面鏡の水冷ジャケットに供給される冷却水が、単結晶育成装置内を循環するクローズドシステムに構成すると、冷却水の供給配管や排水管が不要になり、設置が容易になるばかりでなく、点検時やメンテナンス時に冷却水の供給配管や排水管が邪魔になることがないし、一旦設置後のレイアウト変更などに伴う移動も容易である。

【0037】

また、前記回転楕円面鏡の水冷ジャケットに供給され温度上昇した冷却水の温度を放熱させるラジエータを備える構成にすると、回転楕円面鏡の水冷によって温度上昇した冷却水の温度をラジエータで放熱させることができるので、冷却水を単結晶育成装置内で循環させても、水冷ジャケットによる水冷効果が損なわれることがない。

【0038】

また、空冷部およびラジエータに冷却エアーを供給する冷却エアー供給手段を備える構成にすると、この冷却エアー供給手段によって空冷部およびラジエータに冷却エアーを供給することができ、回転楕円面鏡および加熱源を空冷できるとともに、ラジエータによって水冷ジャケットに供給使用した温度上昇した冷却水の温度を放熱させることができ、効果的に冷却水の放熱が行える。

【0039】

また、加熱源、結晶駆動軸駆動手段、冷却エアー供給手段などの電気系統の総消費電力を1,500W以下になるように構成すると、わが国においては100V, 15A電源で使用可能であり、200V電源や15Aを超える大口需要契約がない研究施設を始め、教育施設などにおいても、容易に単結晶育成装置の設置が可能である。同様に、外国においても、商用電源電圧および一般家庭用電流容量範囲内で使用することができる。例えば、

米国では208V、20Aの範囲内で、フランスでは200V、20Aの範囲内でトランスにより入力電源を208Vおよび200Vを100Vに変換することで日本国内仕様を容易に使用することができる。

【0040】

また、小型化の条件として加熱性能2,000℃を目標とした場合、前記回転楕円面鏡の長径aを45~80mm、短径bを40.5~76mm、短径長径比を0.90~0.95、加熱源の総電力を最大1,300Wに設定した構成にすることによって、卓上に設置可能な小型で、安価な単結晶育成装置を提供することができ、公私の大規模な研究機関のみならず、中小規模の研究機関や学校教育施設などでも購入設置が可能になるため、単結晶育成装置が広く普及することによって、研究者の裾野が広がり、新規かつ有用な新しい単結晶を開発できる可能性が広がる。

【0041】

また、小型化の条件として加熱性能1,200℃最高を目標とした場合、前記回転楕円面鏡の長径aを34.5~48mm、短径bを31~45mm、短径長径比を0.90~0.95、加熱源の総電力を最大600Wに設定した構成にすることによって、卓上に設置可能な小型で、安価な単結晶育成装置を提供することができ、公私の大規模な研究機関のみならず、中小規模の研究機関や学校教育施設などでも購入設置が可能になるため、単結晶育成装置が広く普及することによって、研究者の裾野が広がり、新規かつ有用な新しい単結晶を開発できる可能性が広がる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0042】

以下、本発明における単結晶育成装置の実施の形態について、図面を参照して説明する。図1-1から図1-4は、加熱源に赤外線ランプを用いた双楕円型の単結晶育成装置1の全体正面図、側面図、平面図および背面図で、図2-1から図2-3は図1の単結晶育成装置1における加熱炉部分の拡大縦断正面図、拡大側面図および拡大平面図、図3は図1の単結晶育成装置1における被加熱部の拡大縦断正面図を示す。

【0043】

単結晶育成装置1は、架台部2と、加熱炉部3と、軸駆動部4とに大別される。前記架台部2は、天板部2aと、底枠部2bと、複数の脚部2cとによって枠状に形成されており、天板部2aの左右に運搬用の取手2dを備えている。

【0044】

前記加熱炉部3は、フレームカバー部5と、このフレームカバー部5内に配置されている加熱炉支持部6と、加熱炉10とを備えている。フレームカバー部5は、天板部5aと、左右に開閉自在の前扉5b、5cと、この前扉5b、5cと一体になって左右の側面部の手前側を覆う側板部5d、5eと、側板部5d、5eによって覆われていない左右の側面部の残部である後方側を覆う側板部5f、5gと、背板部5hとを備えている。前記天板部5aには、後述する上軸駆動部(7)が突出する開口5iを備えている。前記左側の前扉5bは、右側の前扉5cよりも大きく、この前扉5bには、加熱炉10の被加熱部を拡大して映し出す覗き窓5jを備えている。また、左右の後方側の側板部5f、5gには、後述する空冷用の冷却エアを取り入れる空気取入口5k、5mが設けられている。前記背板部5hには、後述するラジエータを通った使用済みエアを排出する排出口5nが設けられている。また、加熱炉支持部6は、天板部6aと底板部6bとを複数の脚部6cによって所定間隔で支持した構成を有する。

【0045】

前記軸駆動部4は、上軸駆動部7と下軸駆動部8とを備えている。上駆動部7と下駆動部8の詳細な構成については後で説明する。

【0046】

加熱炉10は、真鍮などの対称形の2つの回転楕円面鏡11、12を有する。各回転楕円面鏡11、12は一方の焦点F₁、F₂と他方の焦点F₀とを有し、各々の他方の焦点F₀(図2-1参照)が一致するように対向結合させて双楕円型の加熱炉を構成している。こ

の回転楕円面鏡 11, 12 の内面, すなわち反射面は、赤外線を高反射率で反射させるために金めっき処理が施されている。

【0047】

各回転楕円面鏡 11, 12 の一方の焦点 F_1 , F_2 付近には、加熱源の一例として、例えば、ハロゲンランプ等の赤外線ランプ 13, 14 が固定配置してある。各回転楕円面鏡 11, 12 の一致した他方の焦点 F_0 には被加熱部 15 が位置し、この被加熱部 15 を圍繞するように石英管 16 が鉛直方向に設置されている。なお、この赤外線ランプ 13, 14 は、電球状の石英管内にコイル状のフィラメントが 2 つの支持部材の間に略円筒状に張設された電球型のものでもよいし、略円筒状の石英管内にコイル状のフィラメントが 2 つの支持部材の間に略矩形板状に張設されたものでもよい。

【0048】

この石英管 16 は、石英管 16 の内方空間 m_1 をそれ以外の回転楕円面鏡 11, 12 の内方空間 m_2 と区分することによって、石英管 16 の内方空間 m_1 を単結晶育成に適する雰囲気置換し、かつ、その雰囲気状態を維持し易くするものである。一方で、各回転楕円面鏡 11, 12 内の内方空間 m_2 の赤外線ランプ 13, 14 を、後述する空冷部によって石英管 16 の内方空間 m_1 内の被加熱部 15 に影響を与えることなく冷却するのに役立つ。

【0049】

各回転楕円面鏡 11, 12 の一致した焦点 F_0 に位置する被加熱部 15 では、上方から鉛直方向に延びる上結晶駆動軸 17 の下端に固定した原料棒 18 と、下方から鉛直方向に延びる下結晶駆動軸 19 の上端に固定された種結晶棒 20 とを突き合わせている。前記上結晶駆動軸 17 および下結晶駆動軸 19 は、それぞれ保持部材 21, 22 に、軸受によって気密に保持され、上軸駆動部 7 および下軸駆動部 8 によって駆動される。

【0050】

上軸駆動部 7 は、保持部材 21 の昇降動作をガイドする一対のガイド部材 23, 主軸回転モータ 24, ベルト 25, 主軸送りモータ 26, 送りネジ 27 とを備え、前記上結晶駆動軸 17 を主軸回転モータ 24 およびベルト 25 によって正逆回転可能に、かつ主軸送りモータ 26, 送りネジ 27 および保持部材 21 によって昇降自在に支持している。また、下軸駆動部 8 は、保持部材 22 の昇降動作をガイドする一対のガイド部材 28, 主軸回転モータ 29 (図では表われていない), ベルト 30, 主軸送りモータ 31, 送りネジ 32 とを備え、前記下結晶駆動軸 18 を主軸回転モータ 29 およびベルト 30 によって正逆回転可能に、かつ主軸送りモータ 31, 送りネジ 32 および保持部材 22 によって昇降自在に支持している。前記上結晶駆動軸 17 および下結晶駆動軸 19 は、主軸送りモータ 26, 31 の回転数によって、同期してまたは相対速度を有して昇降自在に保持されている。

【0051】

また、上軸駆動部 7 および下軸駆動部 8 は、それぞれ原料棒 18 および種結晶棒 20 を支持する上結晶駆動軸 17 および下結晶駆動軸 19 の高さ位置をマニュアル調整する高さ位置調整手段を備えている。図示例の高さ位置調整手段は、それぞれ送りネジ 27, 32 に螺合するローレットノブ 33, 34 を備えており、ローレットノブ 33, 34 によって、マニュアルで保持部材 21, 22 の高さ位置, すなわち、上結晶駆動軸 17 および下結晶駆動軸 19 の高さ位置が粗動調整できるようになっている。さらに、上軸駆動部 7 および下軸駆動部 8 は、それぞれ保持部材 21, 22 の移動経路近傍位置にリミットスイッチ 35, 36 および 37, 38 を備えており、それぞれ上方のリミットスイッチ 35, 37 によって、保持部材 21, 22 の上方限界点を検出し、それぞれ下方のリミットスイッチ 36, 38 で保持部材 21, 22 の下方限界点を検出して、保持部材 21, 22 がそれ以上上昇または下降しないようにしている。

【0052】

前記回転楕円面鏡 11, 12 には、環状の水冷ジャケット 39, 40 が設けられており、冷却水を供給して水冷されるようになっている。この水冷ジャケット 39, 40 に供給される冷却水は、従来の冷却水を例えば水道から供給し、水冷ジャケット 39, 40 を出

た温度上昇した冷却水を排水する使い捨て構成のものとは異なり、後述する単結晶育成装置 1 内を閉配管で循環させる冷却システムを構成している。

【0053】

また、回転楕円面鏡 11, 12 の長軸方向端部には、赤外線ランプ 13, 14 を回転楕円面鏡 11, 12 の内方空間 m_2 に挿入するための赤外線ランプ挿入孔 41, 42 が設けられている。赤外線ランプ 13, 14 は、この赤外線ランプ挿入孔（以下、挿入孔という）41, 42 から、回転楕円面鏡 11, 12 の内方空間 m_2 に挿入されており、挿入孔 41, 42 の内縁と赤外線ランプ 13, 14 の口金部 13A, 14A 間には、逆凹形の隙間 43, 44 が存在している。この隙間 43, 44 を利用して、回転楕円面鏡 11, 12 の内面および赤外線ランプ 13, 14 を冷却する冷却エアーを供給する空冷部 45, 46 が設けられている。この空冷部 45, 46 には、カバーフレーム部 5 の空気取入口 5m から取り入れた冷却エアーを、冷却エアー供給手段、例えばブロー 47（図 1-4 参照）によって供給しており、空冷部 45, 46 から前記隙間に冷却エアーが吹き付けられる。

【0054】

この空冷部 45, 46 は、図 2-2、図 2-3 および図 4 (A) に示すように、逆凹形の隙間 43, 44 に対して赤外線ランプ 13, 14 の両側の隙間 43, 44 から分岐型の空冷部 45a, 45b, 46a, 46b により、冷却気体、例えば冷却エアーを供給するように構成してもよいし、図 4 (B) に示すように、逆凹形の隙間 43, 44 に沿って一体型の空冷部 45c, 46c により、冷却気体、例えば冷却エアーを供給するように構成してもよい。

【0055】

また、回転楕円面鏡 11, 12 の短軸方向中央上下端部には、石英管 16 の導入孔 48 が設けられており、導入孔 48 部における回転楕円面鏡 11, 12 と石英管 16 との間に隙間が形成されている。空冷部 45, 46 によって回転楕円面鏡 11, 12 の内方空間 m_2 に供給された冷却エアーは、回転楕円面鏡 11, 12 内で乱流となって、回転楕円面鏡 11, 12 および赤外線ランプ 13, 14 を空冷して、回転楕円面鏡 11, 12 の導入孔 48 部における回転楕円面鏡 11, 12 と石英管 16 との隙間から排出されるように構成されている。

【0056】

また、前述のように、回転楕円面鏡 11, 12 の水冷ジャケット 39, 40 に供給された冷却水は、回転楕円面鏡 11, 12 の熱を吸熱した後、ラジエータ 49 内を通して単結晶育成装置 1 内をクローズドシステムで循環しており、このラジエータ 49 には、冷却エアーが吹き付けられている。したがって、ラジエータ 49 を通った冷却水は、ラジエータ 49 で放熱され温度降下した状態で、再び、水冷ジャケット 39, 40 に供給される。このため、冷却水は、単結晶育成装置 1 内をクローズドシステムで循環供給される構成であっても、回転楕円面鏡 11, 12 を所定温度に水冷することが可能になっている。

【0057】

次に、上記の単結晶育成装置 1 の動作について説明する。まず、回転楕円面鏡 11, 12 の水冷ジャケット 39, 40 に冷却水を単結晶育成装置 1 内のクローズドシステムで供給循環させて、ラジエータ 49 で放熱させることによって、回転楕円面鏡 11, 12 を内部から水冷するとともに、ブロー 47 により空冷部 45, 46 によって回転楕円面鏡 11, 12 の隙間 43, 44 から回転楕円面鏡 11, 12 の内側に向かって冷却エアーを $1.2 \sim 2.3 \text{ m}^3/\text{min}$ の流量でジェット状に吹き付ける。すると、この冷却エアーの吹き付けによって、赤外線ランプ 13, 14 およびその口金部 13A, 14A が冷却されるとともに、回転楕円面鏡 11, 12 の内方空間 m_2 に供給された冷却エアーが、回転楕円面鏡 11, 12 の内方空間 m_2 で乱流となって、回転楕円面鏡 11, 12 の内面と赤外線ランプ 13, 14 を空冷し、回転楕円面鏡 11, 12 の内方空間 m_2 に滞留しているエアーを、回転楕円面鏡 11, 12 の上下に設けられている石英管 16 の導入孔 48 から排出する。

【0058】

そして、石英管 16 の内方空間 m_1 を不活性ガス等適切な雰囲気ガスで置換した後、回転楕円面鏡 11, 12 の一方の焦点 F_1 , F_2 近傍に配置された赤外線ランプ 13, 14 に通電して、赤外線ランプ 13, 14 から照射される赤外線を、上記回転楕円面鏡 11, 12 で反射させ、共通の他方の焦点 F_0 に位置する被加熱部 15 に集光させて赤外線加熱する。この赤外線加熱により、被加熱部 15 の原料棒 18 の下端および種結晶棒 20 の上端を加熱溶解させながら、円滑に接触させることにより、図 7 と同様に、原料棒 18 と種結晶棒 20 間の被加熱部 15 に、小口径のフローティングゾーン（以下、FZ という）50（図示省略）を形成させる。

【0059】

そして、下端に原料棒 18 を固定した上結晶駆動軸 17 と、上端に種結晶棒 20 を固定した下結晶駆動軸 19 とを共に主軸回転モータ 24, 29 によって回転させ（例えば、20～30rpm）、かつ、主軸送りモータ 26, 31 で同期してゆっくり下方に向かって移動させることによって、原料棒 18 と種結晶棒 20 間の被加熱部 15 に形成された FZ 50 が次第に原料棒 18 側に移動して行って、単結晶が育成される。このときの FZ 50 部分は、従来の単結晶育成装置の説明に用いた図 7 と同様である。ただし、本発明装置においては、従来の単結晶育成装置の説明に用いた図 7 における被加熱部 65 は被加熱部 15 に、原料棒 67 は原料棒 18 に、原料棒 67 側の固液界面 67a は原料棒 18 側の固液界面 18a に、種結晶棒 69 は種結晶棒 20 に、種結晶棒 69 側の固液界面 69a は種結晶棒 20 側の固液界面 20a に、FZ 74 は FZ 50 にそれぞれ読み替えるものとする。

【0060】

このとき、赤外線ランプ 13, 14 および FZ 50 からの輻射熱および回転楕円面鏡 11, 12 内に滞留および対流するエアーの熱伝導により回転楕円面鏡 11, 12 および赤外線ランプ 13, 14 の温度が上昇しようとするが、前述のように、水冷ジャケット 39, 40 を通る冷却水による回転楕円面鏡 11, 12 の水冷と、プロア 47 により空冷部 45, 46 から供給される冷却エアーによる空冷とによって、回転楕円面鏡 11, 12 が冷却されるので、回転楕円面鏡 11, 12 の温度が過度に上昇することがなく、したがって、回転楕円面鏡 11, 12 を構成する材質（例えば、真鍮）とその内面の金めっき層との熱膨張係数差に起因して金めっき層が剥離することがない。また、空冷部 45, 46 から供給される冷却エアーおよび回転楕円面鏡 11, 12 の内側で生じる冷却エアーの乱流によって、赤外線ランプ 13, 14 およびその口金部 13A, 14A が冷却されるので、赤外線ランプ 13, 14 が適当な温度、したがって、適正なハロゲンサイクルを維持して効率良く安定した赤外線を放射することができるとともに、電流導入部のモリブデン箔と石英との封止部の温度が 350℃ 以下に保持されて、モリブデン箔と石英との熱膨張係数差に起因してこの電流導入部で気密漏れを生じることがない。

【0061】

なお、万一、プロア 47 や冷却水循環系の故障などに起因して、水冷および空冷に支障をきたした場合は、回転楕円面鏡 11, 12 の水冷ジャケット 39, 40 による水冷および空冷部 45, 46 による空冷を行っても、回転楕円面鏡 11, 12 や赤外線ランプ 13, 14 およびその口金部 13A, 14A を適正に冷却することができないため、回転楕円面鏡 11, 12 の温度が上昇するが、回転楕円面鏡 11, 12 の上部に温度過昇検出手段、例えばサーモスタット 51, 51 を配置しておけば、回転楕円面鏡 11, 12 の過熱状態でサーモスタット 51, 51 が働き、赤外線ランプ 13, 14 への供給電流をオフして、加熱を停止することができる。

【0062】

なお、上記実施形態は、本発明の特定の実施形態について説明したもので、本発明はこの実施形態に限定されるものではなく、各種の変形が可能である。

【0063】

例えば、上記の実施形態では、空冷部 45, 46 を、回転楕円面鏡 11, 12 の挿入孔 41, 42 と赤外線ランプ 13, 14 との隙間 43, 44 から回転楕円面鏡 11, 12 の内側に冷却エアーを導入して、石英管導入孔 48 部における回転楕円面鏡 11, 12 と石

英管 1 6 との隙間から外部に排出する場合について説明したが、上記と逆に、石英管導入孔 4 8 部における回転楕円面鏡 1 1, 1 2 と石英管 1 6 との隙間から回転楕円面鏡 1 1, 1 2 の内側に冷却エアーを導入して、回転楕円面鏡 1 1, 1 2 の挿入孔 4 1, 4 2 と赤外線ランプ 1 3, 1 4 との隙間 4 3, 4 4 から外部に排出するようにしてもよい。あるいは、回転楕円面鏡 1 1, 1 2 の反射面に冷却エアーの吹き出し孔を設けて、この吹き出し孔から回転楕円面鏡 1 1, 1 2 の内側に冷却エアーを導入し、挿入孔 4 1, 4 2 部における回転楕円面鏡 1 1, 1 2 と赤外線ランプ 1 3, 1 4 との隙間 4 3, 4 4 および／または石英管導入孔 4 8 部における回転楕円面鏡 1 1, 1 2 と石英管 1 6 との隙間から外部に排出するようにしてもよい。

【0 0 6 4】

また、上記の実施形態に示したように、上結晶駆動棒 1 7 と下結晶駆動棒 1 9 との高さを微調整する駆動手段を、従来装置におけるモータによる駆動系からローレットノブなどによるマニュアル調整手段とすることによって、装置の価格をさらに低減することができる利点があるが、モータによる駆動系に変更してもよい。

【0 0 6 5】

また、本発明は、実施形態に示した 2 つの回転楕円面鏡 1 1, 1 2 を組み合わせた、所謂、双楕円型の加熱炉を備えた単結晶育成装置において、特に著しい効果を発揮するものであるが、4 楕円型単結晶育成装置において実施されてもよい。

【0 0 6 6】

また、水冷ジャケット 3 9, 4 0 に循環供給する冷却水は、電子冷却素子などを利用して、冷却することができる。そのような場合、水冷ジャケット 3 9, 4 0 による冷却効果をさらに向上することができる。

【実施例】

【0 0 6 7】

次に、本発明の実施例について説明する。

(単結晶育成装置の構成)

回転楕円面鏡 1 1, 1 2 : 材質 = 真鍮、焦点距離 $F = 25 \text{ mm}$ 、長径 $a = 65 \text{ mm}$ 、
短径 $b = 60 \text{ mm}$ 、短径長径比 $b/a = 0.92$ 、
内面金めっき層

加熱源 1 3, 1 4 : ハロゲンランプ、650 W

石英管 1 6 : 外径 $\phi 35 \text{ mm}$ 、内径 31 mm ϕ 、長さ 185 mm

原料棒 1 8 : $\phi 4 \sim 6 \text{ mm}$

種結晶棒 2 0 : $\phi 4 \sim 6 \text{ mm}$

主軸回転モータ 2 4, 2 9 : 速度可変モータ

主軸送りモータ 2 6, 3 1 : 速度可変モータ

ローレットノブ 3 3, 3 4 : 粗動調整範囲 $\pm 15 \text{ mm}$

水冷ジャケット 3 9, 4 0 : 冷却水流量 = $3 \sim 5 \text{ リットル}/\text{min}$

加熱源挿入孔 4 1, 4 2 : 横 55 mm \times 縦 35 mm

隙間 4 3, 4 4 : 幅 10 mm \times 長さ 11.5 mm (幅の中心位置)

空冷部 4 5, 4 6 : 加熱源の両側の隙間から冷却エアー導入、

冷却エアー流量 = $1.3 \sim 2.3 \text{ m}^3/\text{min}$

ブロー 4 7 単相、100 V、0.8 A

FZ50 : 中心部直径 $\phi 5 \text{ mm}$ 、高さ 6 mm (原料棒、結晶口径 $\phi 6 \text{ mm}$ のとき)

装置全体 (取手部分を除く) 寸法 :

結晶育成長 50 mm の場合 幅 650 mm \times 高さ 915 mm \times 奥行 620 mm

結晶育成長 150 mm の場合 幅 650 mm \times 高さ 1400 mm \times 奥行 620 mm

電源容量 : 100 V、15 A

【0 0 6 8】

以上の構成の単結晶育成装置を用いて、回転楕円面鏡 1 1, 1 2 を水冷および空冷、赤外線ランプ 1 3, 1 4 を空冷しながら、赤外線ランプ 1 3, 1 4 で加熱したところ、被加

熱部 15 に良好な FZ50 が形成され、酸化アルミニウム、マンガン酸ランタン（ストロンチウム）などの巨大磁気抵抗マンガン酸化物、銅酸化物高温超伝導体、ニッケル酸ランタン、酸化ニッケル、バナジウム酸ストロンチウム、ボロカーバイド、コバルト酸ナトリウム、アクアマリン、ペリドット、スピネル、ルビー、パイロクロア、鉄酸イットリウム、チタン酸ストロンチウム、アルミ酸ランタン、ニオブ酸リチウム、フッ化カルシウム、ガリウム酸ランタン（ストロンチウム）、酸化珪素、水晶、ルテニウム酸ストロンチウム、クロム酸鉛等の単結晶を育成することができた。すべての試料は、粉末 X 線回折実験により、単層であり、所望の組成が得られていること、単結晶 X 線回折により、単結晶であることが確認された。銅酸化物高温超伝導体やボロカーバイド、ルテニウム酸ストロンチウム超伝導体は、報告通りの超伝導転移温度を示した。他の絶縁体材料も報告通りの色を示し、本発明の単結晶育成装置がこれまでのフローティングゾーン式単結晶育成装置と同等の機能を有することが実証された。

【0069】

次に、本発明の単結晶育成装置を用いた、単結晶育成方法の具体的な実施例について説明する。

【0070】

（実施例 1）酸化アルミニウム（ Al_2O_3 : Cr 1%）：ルビー

純度 99.9% の Al_2O_3 と Cr_2O_3 粉末を所望の組成比になるように秤量し、メノウ乳鉢で混合し、その混合粉末をゴム製チューブに入れ、3,000 気圧の静水圧で直径 ϕ 4 mm の棒状にプレス・整形した試料棒を、空气中 1,300℃ で 6 時間焼結した。焼結した試料棒を、本発明の単結晶育成装置に取り付け、ハロゲンランプ（650 W × 2 灯）の電圧を上げていき、空气中で原料棒の温度を上昇させる。ハロゲンランプが 94 V のとき、原料が溶け始め、98 V、原料棒移動速度を 10 mm/h r で育成を行った。このようにして、ルビーの単結晶を育成することができた。ルビーの融点が 2,060℃ であることを考えると、本発明の単結晶育成装置で 2,000℃ まで温度を上昇させることが可能であることが確認できた。

【0071】

（実施例 2）マンガン酸ランタン（ストロンチウム） $La_{0.85}Sr_{0.15}MnO_3$

純度 99.9% の La_2O_3 、 $SrCO_3$ 、 MnO 粉末を、所望の組成比になるように秤量し、メノウ乳鉢で混合し、空气中 900℃ で 12 時間仮焼き後、得られた材料を粉砕し再度混合し、空气中 1,400℃ で焼結した。焼結した $La_{0.85}Sr_{0.15}MnO_3$ 粉末を、ゴム製チューブに入れ、3,000 気圧の静水圧で直径 ϕ 4 mm の棒状にプレス・整形する。整形した試料棒を、空气中 1,400℃ で 6 時間焼成した。焼結した原料棒を本発明の単結晶育成装置に取り付け、ハロゲンランプ（650 W × 2 灯）の電圧を上げていき、空气中で原料棒の温度を上昇させる。ハロゲンランプが 74 V のとき、原料が溶け始め、78 V で育成を行った。原料棒移動速度を 8 mm/h r とした。得られた単結晶は、粉末 X 線回折、単結晶 X 線回折実験で単層の単結晶であることが確認できた。SQUID 磁束計を用いて、強磁性転移もこれまでの報告と同じ温度で確認することができた。このようにして、マンガン酸ランタン（ストロンチウム） $La_{0.85}Sr_{0.15}MnO_3$ の単結晶を育成することができた。

【0072】

（実施例 3）ルテニウム酸ストロンチウム Sr_2RuO_4

純度 99.9% の炭酸ストロンチウム粉末と二酸化ルテニウム粉末を所望の組成比で混合し、空气中 900℃ で仮焼きし、その粉末をゴム製チューブに入れ、3,000 気圧の静水圧で直径 ϕ 4 mm の棒状にプレス・整形し、整形した試料棒を、空气中 1,200℃ で 6 時間焼結した。焼結した原料棒を本発明の単結晶育成装置に取り付け、ハロゲンランプ（650 W × 2 灯）の電圧を上げていき、空气中で原料棒の温度を上昇させる。ハロゲンランプが 93 V のとき、原料棒が溶け始め、95 V で育成を行った。原料棒移動速度を 30 mm/h r とした。得られた単結晶は、粉末 X 線回折、単結晶 X 線回折実験で単層の単結晶であることが確認できた。

【0073】

以上のいずれの実施例においても、回転楕円面鏡11, 12の金めっき層の剥離や剥離の前兆となる膨らみは認められなかった。また、赤外線ランプ13, 14の電流導入部は350℃以下に保持され、石英とモリブデン箔との封止部において石英とモリブデン箔との剥離に起因する気密漏れは認められなかった。これに対して、冷却エアーを1.2~2.3m³/minの流量で回転楕円面鏡の内側に供給する空冷部45, 46を設けず、従来のように回転楕円面鏡は水冷し、ハロゲンランプの冷却のために回転楕円面鏡内に冷却エアーの流量を5~10リットル/minに設定した比較例の場合は、回転楕円面鏡11, 12の内面温度は100℃を越え、金めっき層の剥離ないしふくらみが生じて剥離の危険があった。また、赤外線ランプ13, 14の電流導入部の温度は350℃以上に上昇し、モリブデン箔と石英との封止部からの気密漏れの危険性があった。

【図面の簡単な説明】

【0074】

【図1-1】本発明の実施形態の単結晶育成装置における正面図である。

【図1-2】図1-1の単結晶育成装置における右側面図である。

【図1-3】図1-1の単結晶育成装置における平面図である。

【図1-4】図1-1の単結晶育成装置における背面図である。

【図2-1】図1に示す本発明の単結晶育成装置における加熱炉の縦断正面図である。

。

【図2-2】図2-1に示す加熱炉の左側面図である。

【図2-3】図2-1に示す加熱炉の平面図である。

【図3】図1の単結晶育成装置における被加熱部の拡大縦断正面図である。

【図4】(A)は本発明の単結晶育成装置における空冷部の冷却エアー吹き付け状態の側面図、(B)は本発明の単結晶育成装置における空冷部の冷却エアー吹き付け状態の異なる例の側面図である。

【図5】従来の単結晶育成装置における縦断正面図である。

【図6】図5の単結晶育成装置におけるA-A線に沿った横断面図である。

【図7】図5の単結晶育成装置における被加熱部の拡大正面図である。

【符号の説明】

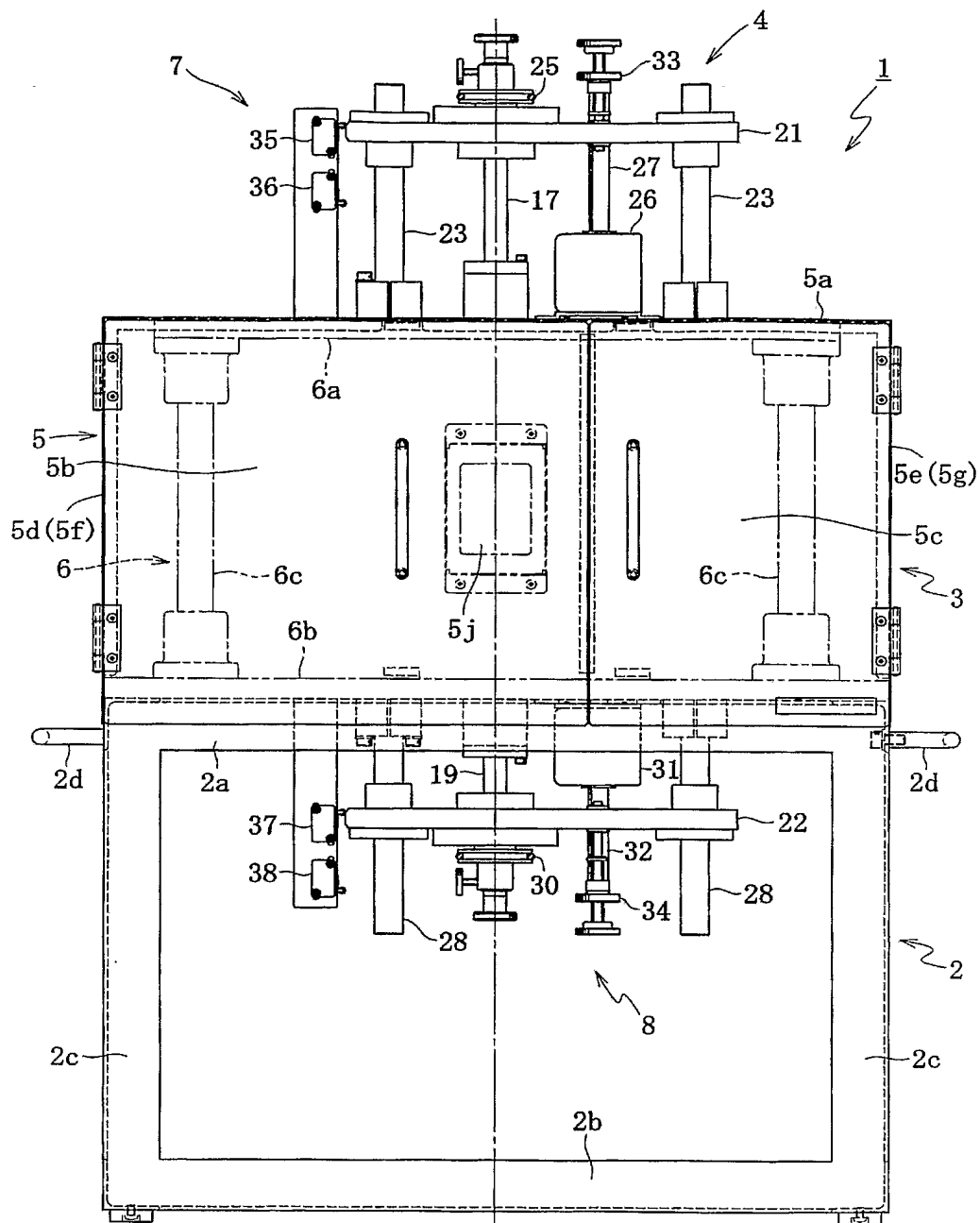
【0075】

- 1 単結晶育成装置
- 2 架台部
- 3 加熱炉部
- 4 軸駆動部
- 5 フレームカバー部
- 6 加熱炉支持部
- 7 上軸駆動部
- 8 下軸駆動部
- 10 加熱炉
- 11, 12 回転楕円面鏡
- 13, 14 加熱源(赤外線ランプ)
- 15 被加熱部
- 16 石英管
- 17 上結晶駆動軸
- 18 原料棒
- 19 下結晶駆動軸
- 20 種結晶棒
- 21, 22 保持部材
- 23, 28 ガイド部材
- 24, 29 主軸回転モータ

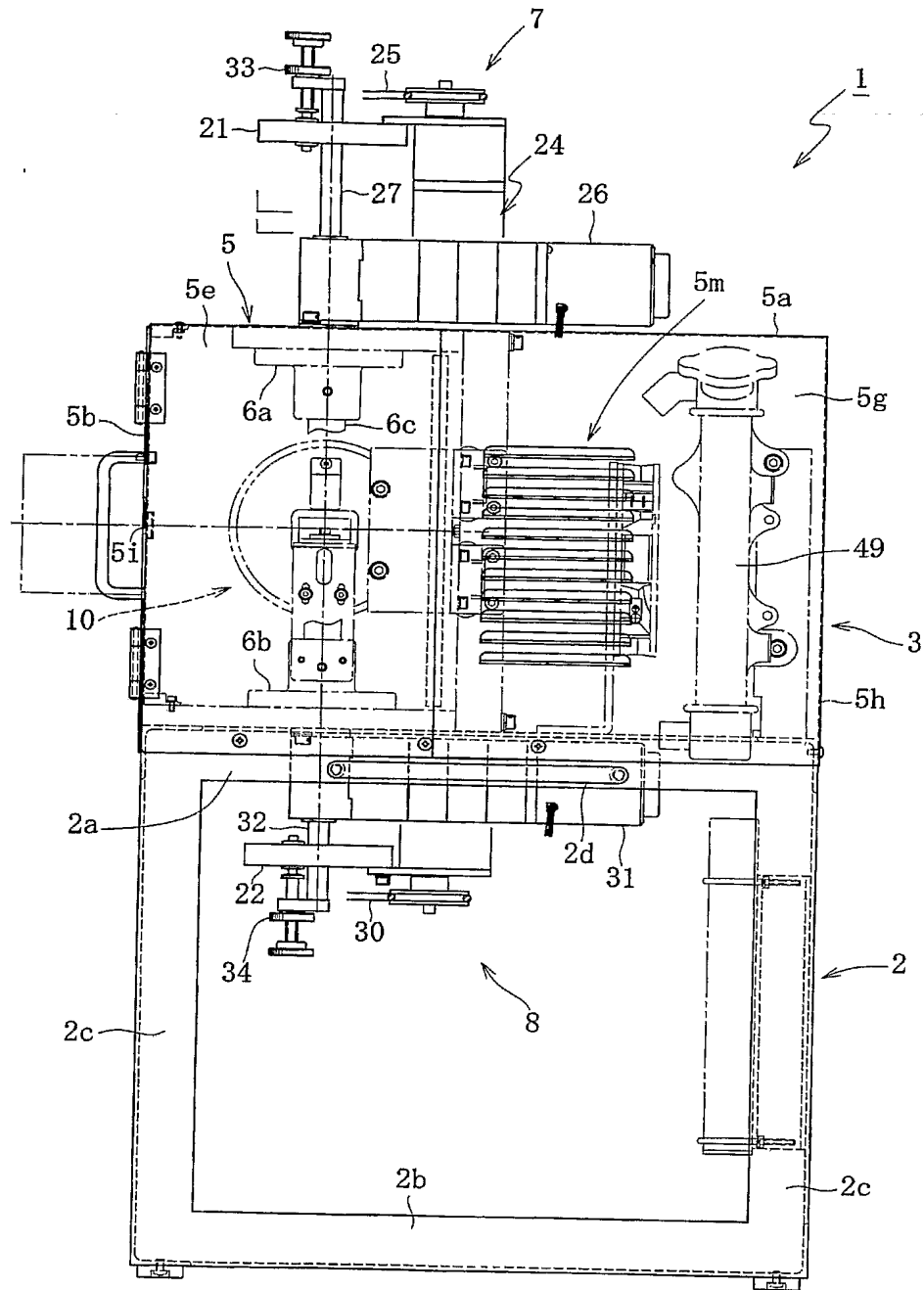
- 2 5, 3 0 ベルト
- 2 6, 3 1 主軸送りモータ
- 2 7, 3 2 送りネジ
- 3 3, 3 4 高さ位置調整手段 (ローレットノブ)
- 3 9, 4 0 水冷ジャケット
- 4 1, 4 2 加熱源挿入孔 (赤外線ランプ挿入孔)
- 4 3, 4 4 隙間
- 4 5, 4 6, 4 5 a, 4 6 a、4 5 b, 4 5 b, 4 5 c, 4 6 c 空冷部
- 4 7 冷却エア供給手段 (ブロー)
- 4 8 石英管導入孔
- 4 9 ラジエータ
- 5 0 フローティングゾーン (F Z)

【書類名】 図面

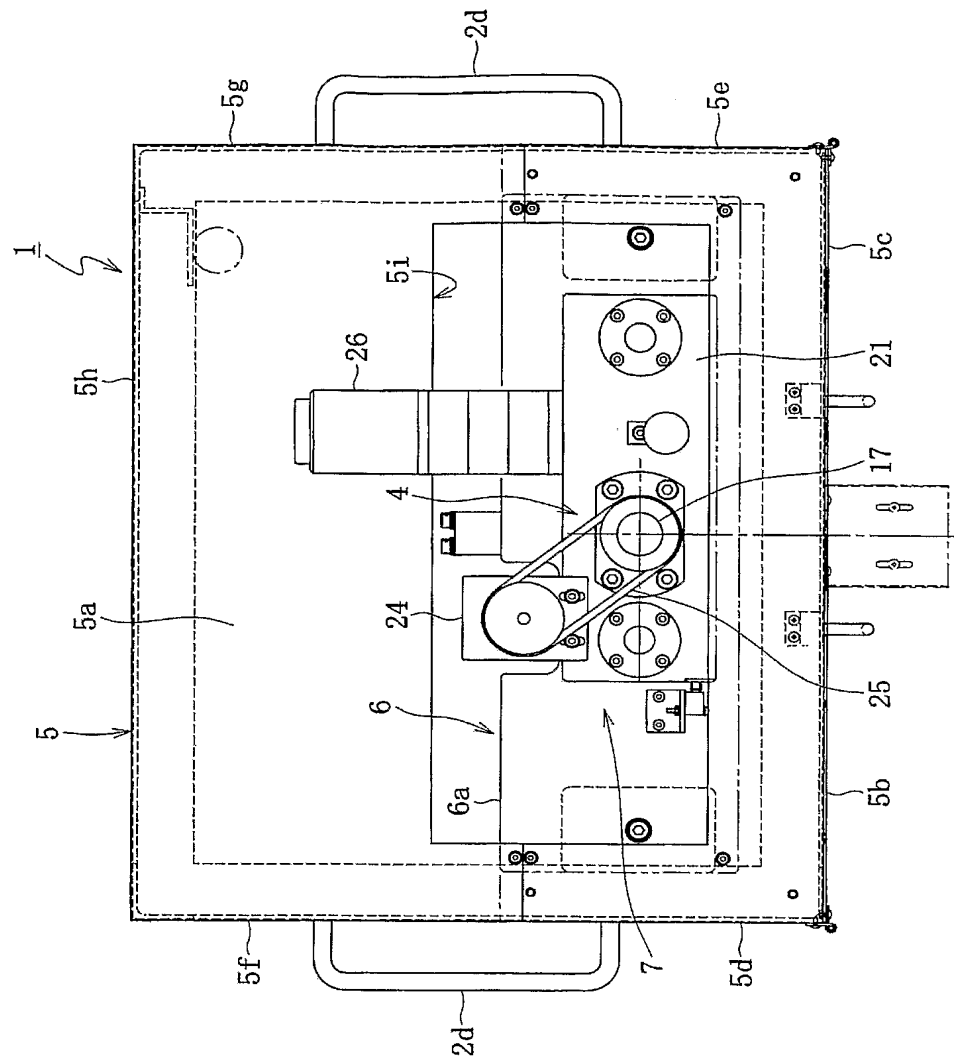
【図 1-1】



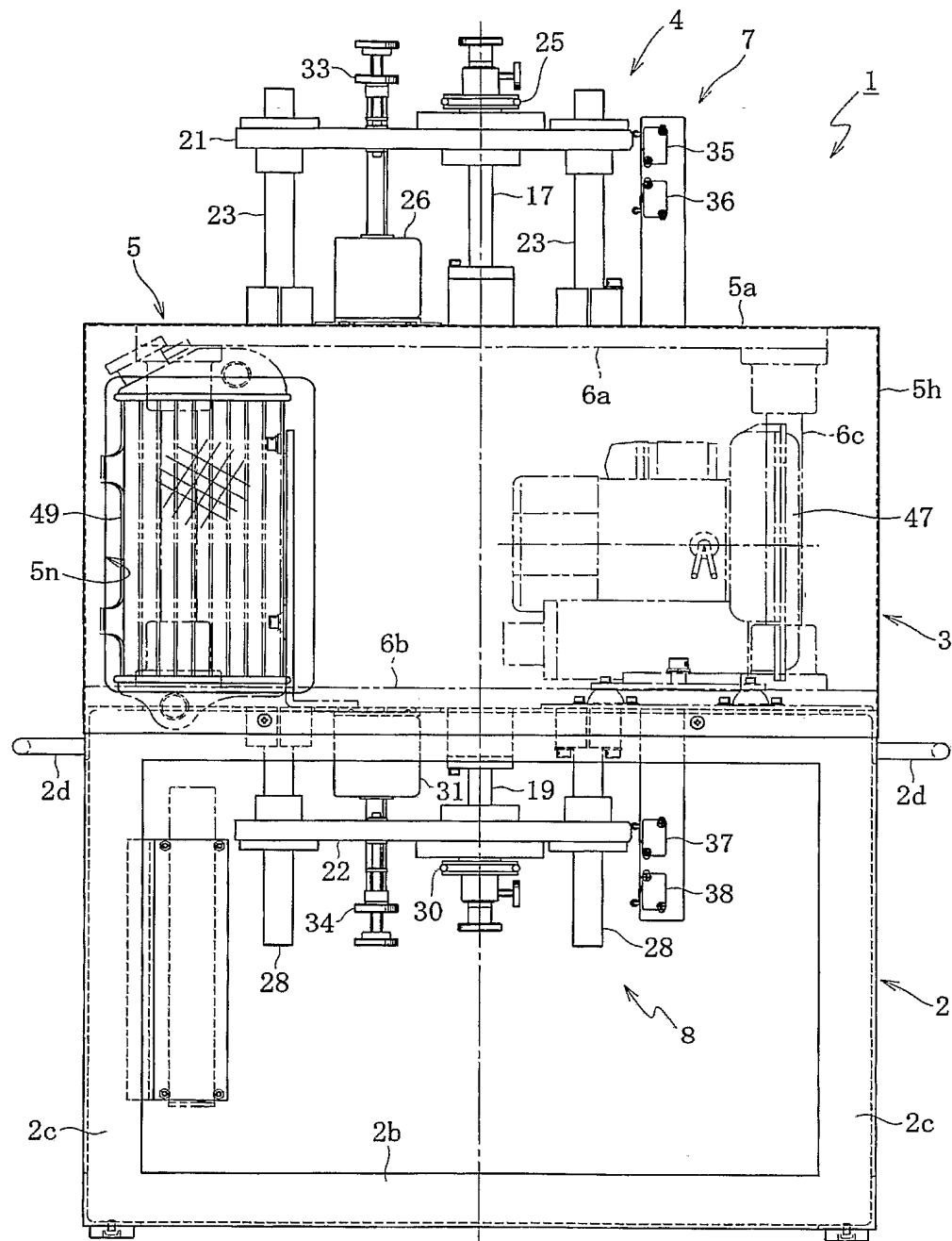
【図 1 - 2】



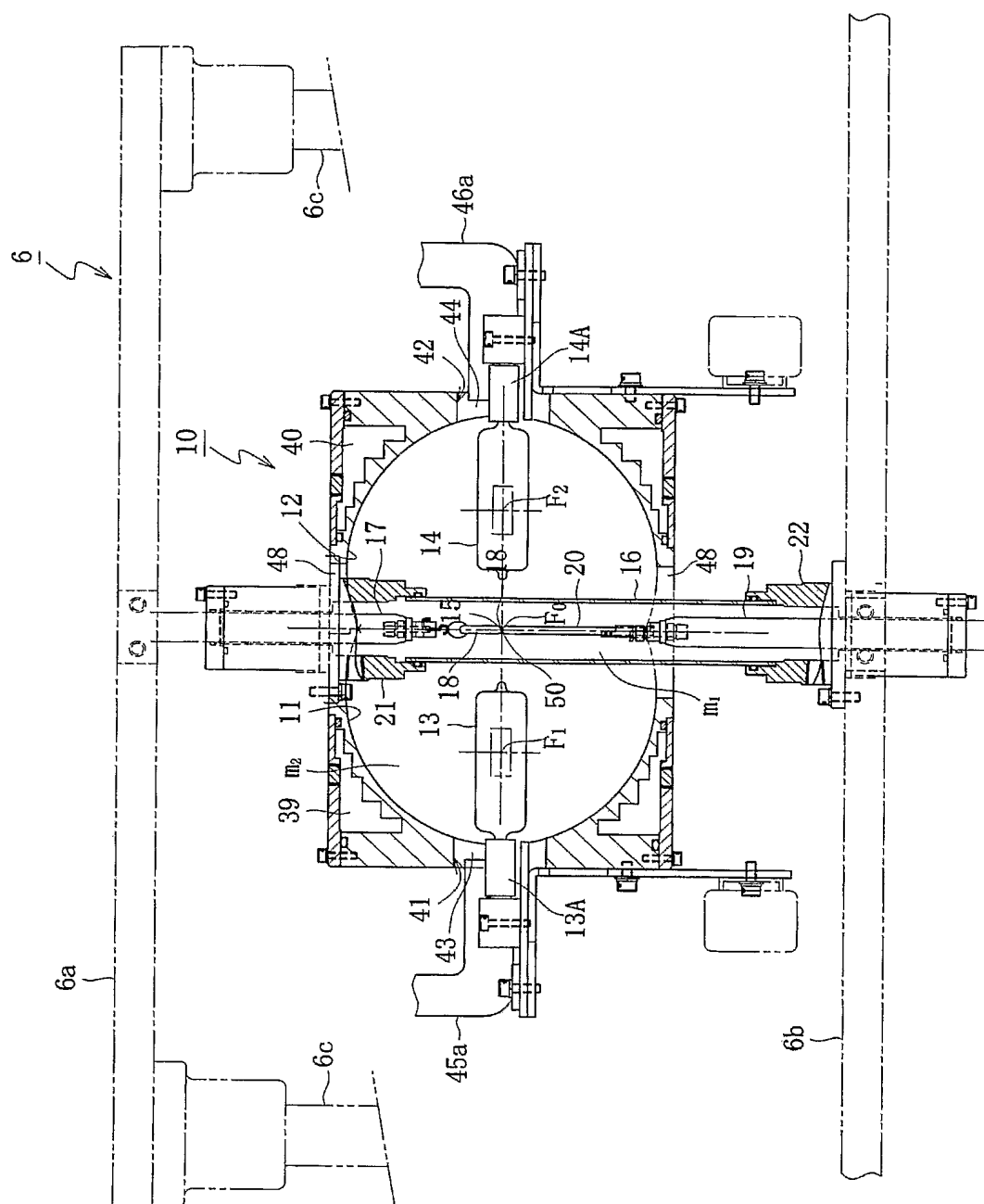
【図 1 - 3】



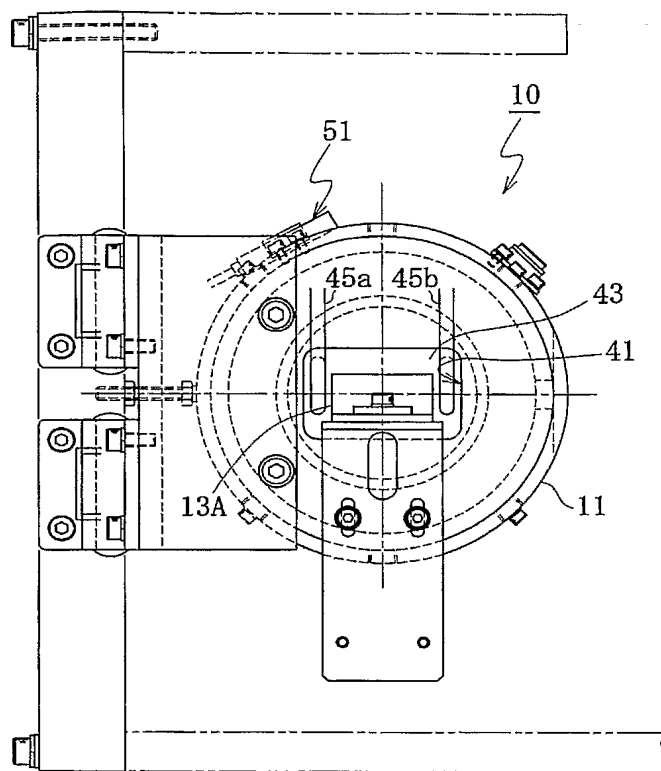
【図 1-4】



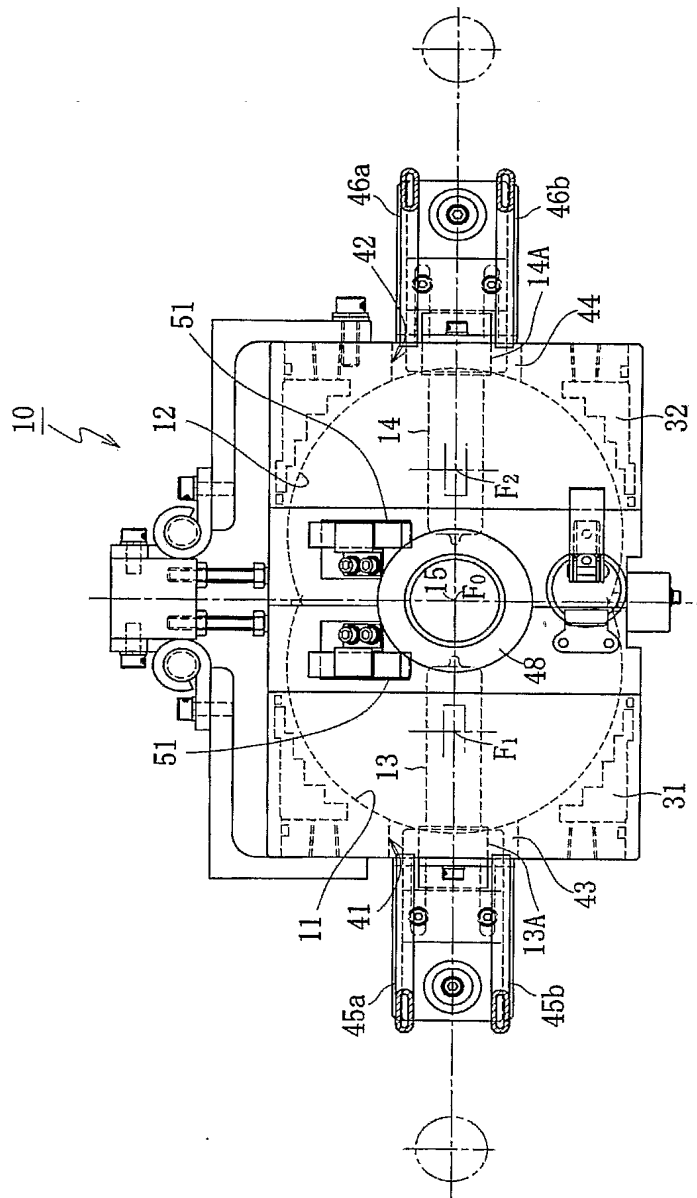
【図 2-1】



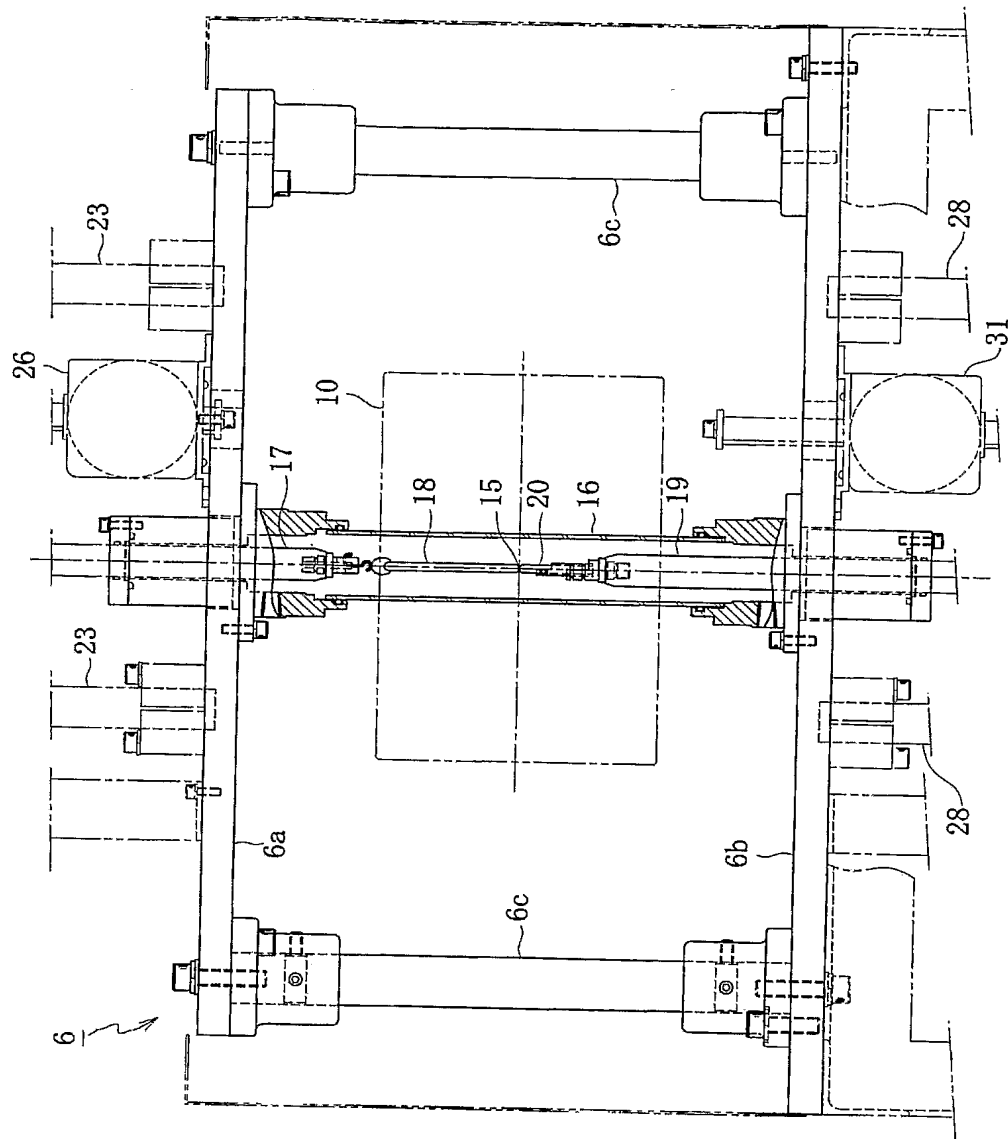
【図 2-2】



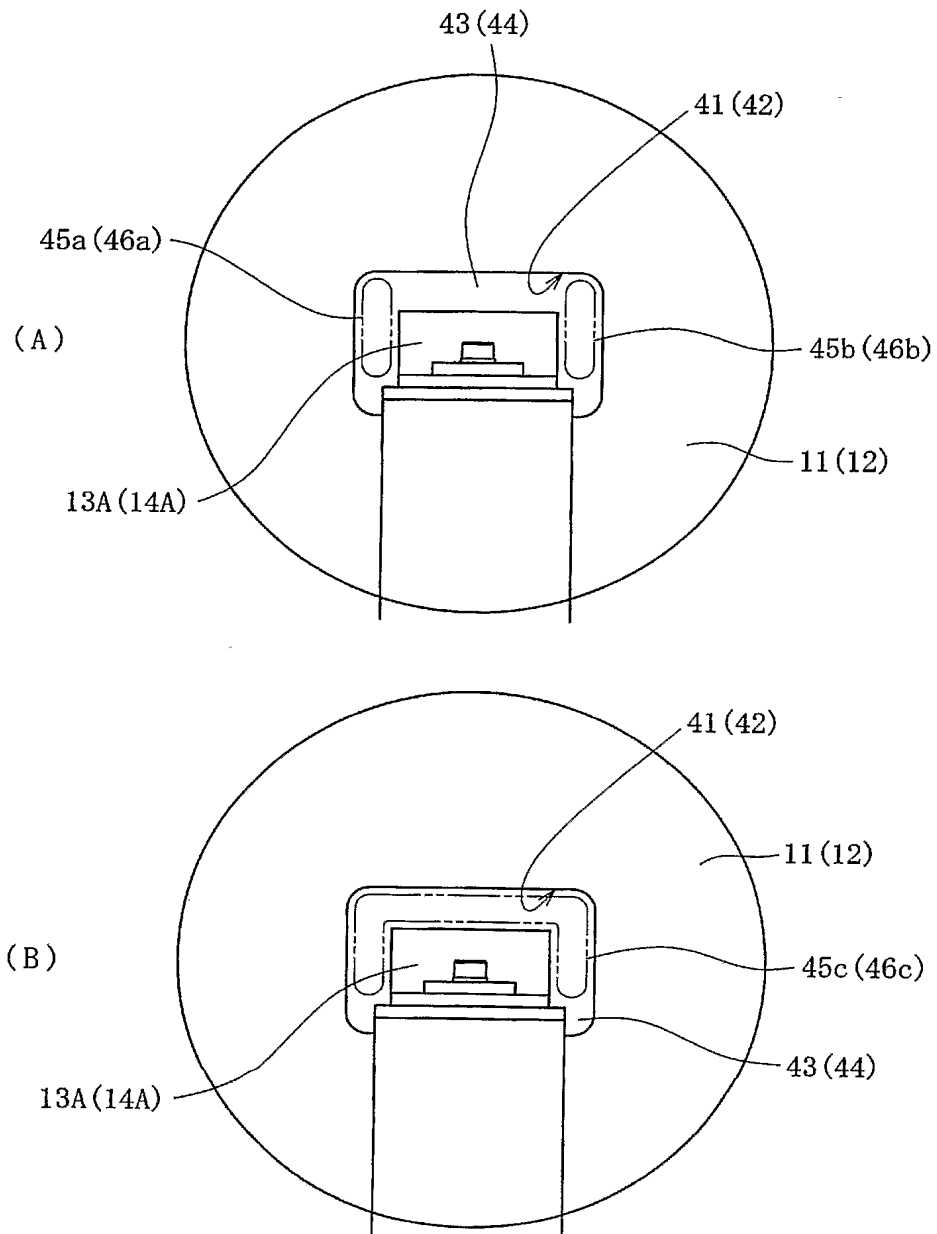
【図 2-3】



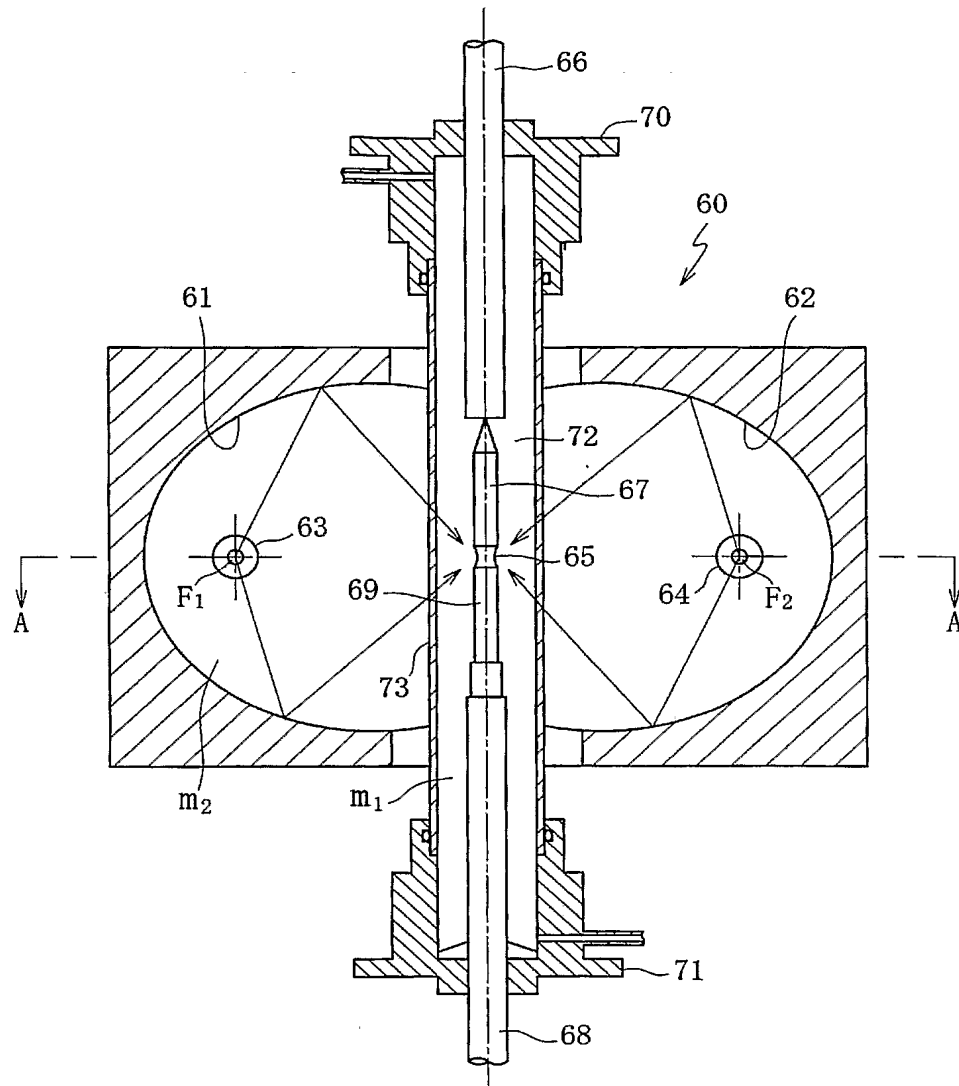
【図 3】



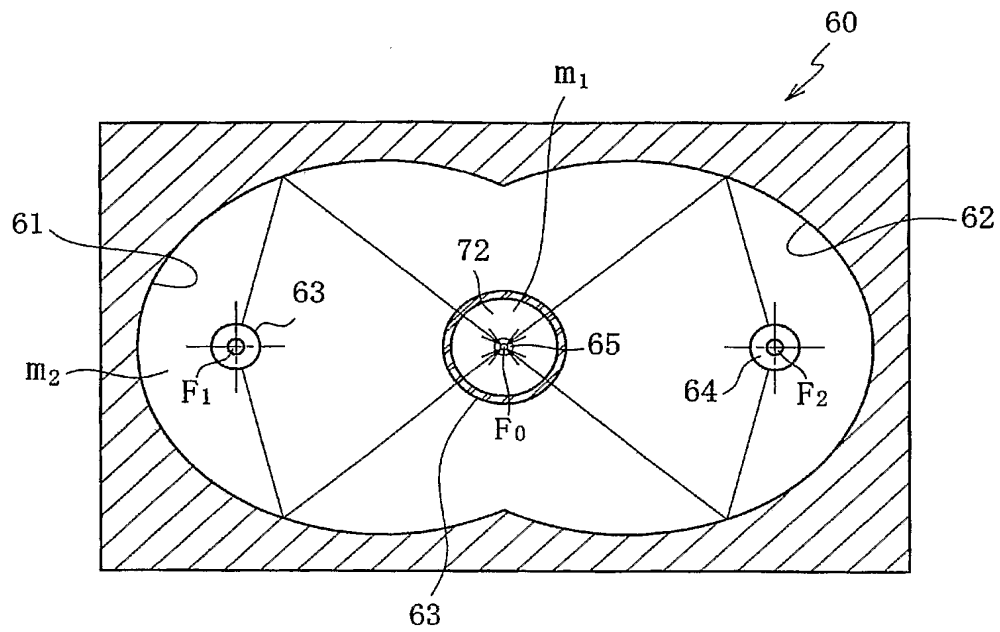
【図 4】



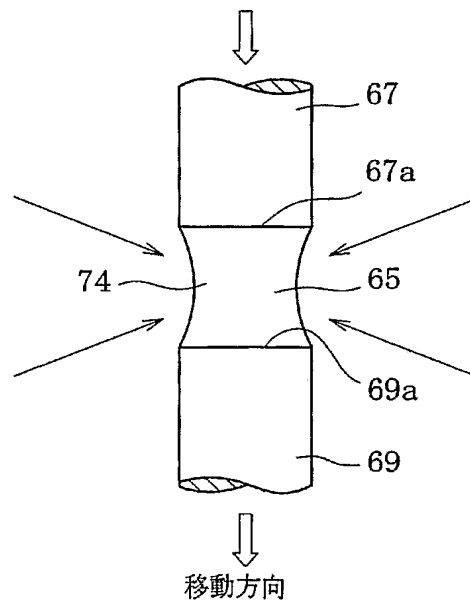
【図 5】



【図 6】



【図 7】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 小型で安価かつ簡便な単結晶育成装置を提供する。

【解決手段】 回転楕円面鏡 1 1, 1 2 と、この回転楕円面鏡 1 1, 1 2 の一方側の焦点 F_1 , F_2 に配置された加熱源 1 3, 1 4 と、他方側の共通焦点 F_0 の被加熱部 1 5 を囲む石英管 1 6 と、石英管 1 6 内にあって上結晶駆動軸 1 7 に支持された原料棒 1 8 と、下結晶駆動軸 1 9 に支持された種結晶棒 2 0 とを有する小型単結晶育成装置において、回転楕円面鏡 1 1, 1 2 の小型に伴って回転楕円面鏡 1 1, 1 2 およびハロゲンランプ 1 3, 1 4 の過度の温度上昇を防止するため、回転楕円面鏡 1 1, 1 2 が水冷ジャケット 3 9, 4 0 を内蔵し、回転楕円面鏡 1 1, 1 2 の隙間 4 3, 4 4 から冷却エアーを 1. 2 ~ 2. 3 m^3/min の流量で導入する空冷部 4 5 a, 4 6 a を設けた。また、冷却水を自己循環させ、ラジエータ 4 9 による放熱機能を持たせることにより、簡便な使い方を実現した。

【選択図】 図 2 - 1

【書類名】 手続補正書
【整理番号】 P16-042
【提出日】 平成16年 5月 6日
【あて先】 特許庁長官殿
【事件の表示】
【出願番号】 特願2004- 29424
【補正をする者】
【識別番号】 000110859
【氏名又は名称】 N E C マシナリー株式会社
【補正をする者】
【識別番号】 301021533
【氏名又は名称】 独立行政法人産業技術総合研究所
【代理人】
【識別番号】 100064584
【弁理士】
【氏名又は名称】 江原 省吾
【手続補正1】
【補正対象書類名】 特許願
【補正対象項目名】 発明者
【補正方法】 変更
【補正の内容】
【発明者】
【住所又は居所】 滋賀県草津市南山田町字縄手崎 8 5 番地 N E C マシナリー株式
会社内
【氏名】 西村 博
【発明者】
【住所又は居所】 滋賀県草津市南山田町字縄手崎 8 5 番地 N E C マシナリー株式
会社内
【氏名】 長澤 亨
【発明者】
【住所又は居所】 滋賀県草津市南山田町字縄手崎 8 5 番地 N E C マシナリー株式
会社内
【氏名】 岩崎 隆祐
【発明者】
【住所又は居所】 茨城県つくば市東 1 丁目 1 番 1 独立行政法人産業技術総合研究
所つくばセンター内
【氏名】 池田 伸一
【発明者】
【住所又は居所】 茨城県つくば市東 1 丁目 1 番 1 独立行政法人産業技術総合研究
所つくばセンター内
【氏名】 白川 直樹
【発明者】
【住所又は居所】 茨城県つくば市東 1 丁目 1 番 1 独立行政法人産業技術総合研究
所つくばセンター内
【氏名】 永崎 洋
【発明者】
【住所又は居所】 茨城県つくば市東 1 丁目 1 番 1 独立行政法人産業技術総合研究
所つくばセンター内
【氏名】 梅山 規男
【発明者】

【住所又は居所】 茨城県つくば市東1丁目1番1 独立行政法人産業技術総合研究
所つくばセンター内
【氏名】 吉田 良行
【発明者】

【住所又は居所】 茨城県つくば市東1丁目1番1 独立行政法人産業技術総合研究
所つくばセンター内
【氏名】 長井 一郎
【発明者】

【住所又は居所】 茨城県つくば市東1丁目1番1 独立行政法人産業技術総合研究
所つくばセンター内
【氏名】 原 茂生

【提出物件の目録】

【物件名】 宣誓書 1

【提出物件の特記事項】 手続補足書にて提出します。

【物件名】 理由書 1

【提出物件の特記事項】 手続補足書にて提出します。

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2 0 0 4 - 0 2 9 4 2 4
受付番号	5 0 4 0 0 7 5 6 4 9 4
書類名	手続補正書
担当官	笹川 友子 9 4 8 2
作成日	平成 1 6 年 6 月 9 日

<認定情報・付加情報>

【補正をする者】

【識別番号】	000110859
【住所又は居所】	滋賀県草津市南山田町字縄手崎 8 5 番地
【氏名又は名称】	N E C マシナリー株式会社

【補正をする者】

【識別番号】	301021533
【住所又は居所】	東京都千代田区霞が関 1 - 3 - 1
【氏名又は名称】	独立行政法人産業技術総合研究所

【代理人】 申請人

【識別番号】	100064584
【住所又は居所】	大阪府大阪市西区江戸堀 1 丁目 1 5 番 2 6 号 大 阪商工ビル 8 階 江原特許事務所
【氏名又は名称】	江原 省吾

特願 2 0 0 4 - 0 2 9 4 2 4

ページ： 1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [0 0 0 1 1 0 8 5 9]

1. 変更新月日	2 0 0 4 年 1 月 7 日
[変更理由]	名称変更
住 所	滋賀県草津市南山田町字縄手崎 8 5 番地
氏 名	N E C マシナリー株式会社

特願 2 0 0 4 - 0 2 9 4 2 4

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[3 0 1 0 2 1 5 3 3]

1. 変更新月日

2 0 0 1 年 4 月 2 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都千代田区霞が関 1 - 3 - 1

氏 名

独立行政法人産業技術総合研究所